

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 63-024865

(43) Date of publication of application : 02.02.1988

(51) Int.Cl. A23L 1/10

 A23L 1/03

 A23L 1/04

(21) Application number : 61-168956 (71) Applicant : WAKUNAGA PHARMACEUT CO LTD
WAKUNAGA KOUNOU KK

(22) Date of filing : 17.07.1986 (72) Inventor : MASUHARA SHOZO
YUGAWA YASUYOSHI
SUMIKAWA TOSHIHARU

(54) GRANULAR PASTE AND PRODUCTION THEREOF

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain granular paste suitable as a stabilizer, forming no undissolved lump of flour, having instant solubility in water, readily handleable, by spraying water upon fluidized water-soluble paste granules of powder and drying.

CONSTITUTION: A water-soluble powder paste such as xanthan gum, hydroxypropyl cellulose, etc., fluidized by warm water, etc., is sprayed with water and optionally an alcohol or another water-soluble organic solvent. Then the paste is dried to give the aimed granular paste which has particle size wherein the whole amount passes through a sieve of 12 meshes and remains in a sieve of 100 meshes and shows apparent volume ?1.3 the apparent specific volume of raw material of paste powder.

LEGAL STATUS [Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開
 ⑫ 公開特許公報 (A) 昭63-24865

⑬ Int. Cl. 4
 A 23 L 1/10 1/03 1/04
 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 昭和63年(1988)2月2日
 Z-6760-4B
 7235-4B
 6760-4B 審査請求 未請求 発明の数 2 (全6頁)

⑮ 発明の名称 粒状糊料およびその製造法

⑯ 特 願 昭61-168956

⑰ 出 願 昭61(1986)7月17日

⑱ 発明者 増原 彰造 広島県高田郡甲田町大字下甲立1624番地 湧永興農株式会社内

⑲ 発明者 湧川 康義 広島県高田郡甲田町大字下甲立1624番地 湧永興農株式会社内

⑳ 発明者 澄川 敏春 広島県高田郡甲田町下甲立1624 湧永製薬株式会社中央研究所内

㉑ 出願人 湧永製薬株式会社 大阪府大阪市福島区福島3丁目1番39号

㉒ 出願人 湧永興農株式会社 広島県高田郡甲田町大字下甲立1624番地

㉓ 代理人 弁理士 佐藤 一雄 外2名

明細書

1. 発明の名称

粒状糊料およびその製造法

2. 特許請求の範囲

1. 水溶性粉末糊料に水を噴霧することにより造粒された粒子からなるものであって、下記の性質を有することを特徴とする粒状糊料。

(イ) 12メッシュ目 (JIS規格) を実質的に全量が通過し、100メッシュ目 (JIS規格) 上に実質的に全量が残る粒度であること。

(ロ) 見掛け比容積が、糊料粉末原料の見掛け比容積の少なくとも1.3倍であること。

2. 流動化された水溶性粉末糊料粒子に水を噴霧したのち乾燥して、下記の性質を有する粒状物を得ることを特徴とする粒状糊料の製造法。

(イ) 12メッシュ目 (JIS規格) を実質的に全量が通過し、100メッシュ目 (JIS規格) 上に実質的に全量が残る粒度であること。

(ロ) 見掛け比容積が、糊料粉末原料の見掛け比容積の少なくとも1.3倍であること。

3. 発明の詳細な説明

発明の背景

本発明は、水に対して即溶性のある粒状糊料およびその製造法に関する。

従来より水溶性粉末糊料 (特に可食性のもの) は、分散系の安定化、ゲル化、増粘、皮膜形成、テクスチャーの向上等を目的とした安定剤として、音響加工品、水溶加工品等の食品業界において広く使用されているのみならず、化粧品、医薬品、製紙、医薬品等の他の業界においても広範囲にわたり使用されている。

しかしながら、水溶性粉末糊料は、これを水に溶解させる際に通常の搅拌による溶解時に所謂ママコを形成するので、製品加工に使用する上で日々の問題点 (糊料の溶解に時間がかかる、糊料の高濃度溶液をつくることができない等) を抱えて

特開昭63-24865 (2)

いる。ここでママコとは、粉末糊料を水に溶解させるに際し、水と接した粒子（接水粒子）のみが膨潤して高粘度となるため、接水粒子に囲まれた内側の粉末と水との接触が著しく阻害されることにより生じる塊のことをいう。

先行技術

このママコの形成を防ぐため、例えば、粉末糊料を固分することによって微粒子および粗大粒子を除いて粒子径をある程度均一にして、糊料の溶解性を高めるという方法が行われてきた。

また、発泡剤や粗粒等を添加することによりママコの形成を防ぐとともに糊料の溶解度を高めたり、あるいはママコを生じやすい粉末糊料については、この粉末をママコを生じにくい粉末糊料（ポリビニルアルコール等）でコーティングすることによりママコの形成を防ぐとともに溶解時間を短縮する方法も行われている。

しかしながら、上記で粉末糊料の粒子をある程度均一にするという方法はママコ形成を防ぐための本質的な解決策とはならず、また発泡剤や粗粒

を添加する方法はこれらを添加することにより糊液の粘度が低下するという新たな問題を生じ、さらに粉末糊料を別のママコを生じにくい糊料でコーティングする方法は、主成分（ママコを生じやすい糊料）の特性が阻害されたり、糊液粘度も変動する等の問題点を抱えており、いずれにしてもママコの形成防止ないし消失法として効果的ではなかった。

このような問題点に対処すべく、本発明者は、先に水溶性粉末糊料の粒子間を結合剤（ただし、その5%水溶液の粘度（20℃）は1000センチポイス以上である）で架橋することによって造粒されたものであることを特徴とする粒状糊料、およびその製造法として凝結化された水溶性粉末糊料粒子に結合剤（ただし、その5%水溶液の粘度（20℃）は1000センチポイス以上である）の水溶液を噴霧したのち乾燥して、水溶性粉末糊料の粒子間を結合剤で架橋させてなる粒状物を有することを特徴とする方法を提案した（特開昭60-94421月の明細書参照、以下「先頭発明」

という。）。

発明の概要発明

本発明は、上記粒状糊料を製造するにあたり、その製造工程において、結合剤として水を使用しても先頭発明と同様の粒状糊料を得ることを見出しつて完成されたものである。

従って、本発明による粒状糊料は、水溶性粉末糊料に水を噴霧することにより造粒された粒子からなるものであって、下記の性質を有すること、を特徴とするものである。

（イ） 12メッシュ目（JIS規格）を実質的に全量が通過し、100メッシュ目（JIS規格）上に実質的に全量が残る粒度であること。

（ロ） 見掛け比容積が、糊料粉末原料の見掛け比容積の少なくとも1.3倍であること。

また、本発明は、上記粒状糊料の製造法にも関する。

すなわち、本発明による粒状糊料の製造法は、凝結化された水溶性粉末糊料粒子に水を噴霧した

のち乾燥して、下記の性質を有する粒状物を有すること、を特徴とする。

ものである。

（イ） 12メッシュ目（JIS規格）を実質的に全量が通過し、100メッシュ目（JIS規格）上に実質的に全量が残る粒度であること。

（ロ） 見掛け比容積が、糊料粉末原料の見掛け比容積の少なくとも1.3倍であること。

効用

本発明による粒状糊料は、前記したようにその単位粒状物が水溶性粉末糊料の粒子間を水で結合したもの、であって前記の性質を有するものである。

従って、先頭発明と同様に今までの水溶性粉末糊料が有していた上記問題点を解決するとともに下記のような利点をも有する。

（イ） ママコを形成せず、水に対して即溶性がある。

従来の水溶性粒状糊料は、通常の搅拌により水に溶解する場合にママコを生じるのがふつうであ

特開昭63-24865 (3)

り、従来より、このママコの形成防止ないし消失のため種々の方法が行われてきたが、いずれの方法もその解決策とはならなかった。しかしながら本発明の粒状糊料は、粒状糊料の粒子を水で結合させて粒状糊料としたものであるため、ママコを形成せず、水に対する溶解性が著しく向上した。

(ロ) 粒状糊料本来の特性を劣質的に変化させない。

ママコ形成を防止するにあたり、従来は粉末糊料をママコを生じにくい別の粒状糊料でコーティングするという方法も行われていたが、このようにして得られた糊料は、糊料本来の特性が失われ、さらには糊液粘度も著しく変動するという不都合があった。

これに対し、本発明の粒状糊料は、水を結合剤の代りとして使用したものである（水溶性である原料粉末が噴霧された水によっていくらか溶解したものが結合剤として機能している可能性がある）、製品粒状糊料は原料粉末糊料本来の特性を劣質的に損なうことなく保有している。

溶性粉末糊料としては、例えば、ベクチン、キサンタンガム、ローカストビーンガム、グアーガム、アラビアゴム、アルギン酸ナトリウム等の天然品や、ヒドロキシプロピルセルロース、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロースおよびそのナトリウム等のセルロース誘導体およびポリビニルビロリドン、ポリアクリル酸ナトリウム等の化粧品成形がある。本発明の粒状糊料の原料として用いられる粉末糊料は、上記の单一成分からなってもあるいは二つ以上の任意の組合せからなってもよく、またこれらに他の成分を適宜配合したもの（例えば動物性蛋白質改良剤として「エクスホーマ」（日本コロイド株式会社）等がある）からなっていてもよい。

「水を吸収する」というときの水の性質、水滴の大きさおよび水の量その他は、原料粉末糊料の粒子が凝集して所定の粒状特性（詳細後記）を得るような任意のものでありうる。水は必要に応じてアルコールその他の水溶性有機溶剤、好ましくは易揮発性のもの）あるいは製品粉末糊料中に成

従って、本発明による粒状糊料は、原料粉末糊料本来の用途（たとえば安定剤）に使用することが可能であるといえる。

(ハ) 取扱いが簡単である。

従来の水溶性粉末糊料は、飛散性、流动性、および充填性に問題があり、また保存中に固結を起こす等、好ましくない物性を有していた。

しかしながら、水溶性粉末糊料を粒状化してなる本発明の粒状糊料は飛散性および付着性が改善され、凝集性がないので保存性にもすぐれしており、また流动性が良好であるところから適当な容器法で計ることもできるので取扱いが簡単である。

発明の具体的説明粒状糊料

本発明の粒状糊料は、「水溶性粉末糊料に水を噴霧することによって造粒された粒子からなるもの」である。この場合の「水溶性粉末糊料」とは、分散系の安定化、ゲル化、増粘、皮膜形成、テクスチャーの向上等の目的のためにあるいは結合剤として使用されるもの、である。このような水

分として知能塗その他を含有させたいときにはその成分を溶解させたものであってもよいが（その場合にも、結合剤を使用しないという本発明の精神からいって、これらの物質が溶存している水は粘度が水自身のそれと大差のないものでなければならない）、本発明の一般的ないし代表的な選択は通常の水、すなわち、上水道水、蓄留水、開製水、その他、を使用することである（水滴の量およびその量については後記）。

本発明による粒状糊料は、12メッシュ篩を実質的に全量が通過し、100メッシュ篩上に実質的に全量が残るという程度の粒度のものである（篩のメッシュはJIS規格によるものである）。まだ、見掛け比容積が、糊料粉末原料の比容積の少なくとも1.3倍程度であり、好ましくは1.5倍程度以上のもの、である。ここで見掛け比容積とは、基準（ゆるみ）見掛け比容積のことをいい、通常用いられる見掛け比容の逆数、すなわち、単位質量の粒子が充填されて占める容積をいい、cc/gの単位で表されるものをいう。そし

特開昭63-24865(4)

て、これは、本発明では、粒子の多孔性を調べる一つの手段である。なお、比容積の測定はJIS K5101の方法によるものとし、具体的には、適当な模因、たとえばパウダーケスター（ホソカワミクロン製）で行うことができる。本発明の糊料は、この見掛け比容積が1.3倍以上となっている。このことは、糊料粉末原料と比べて本発明の糊料は、粒子間空隙が増加したことが示唆され、また多孔質構造となっていることも示唆される。従って、粒子内部での水の浸透が早くなる（溶解性の向上）とともにママコの発生をも防止することができる（後記参考文献）。

粒状糊料の製造

本発明の粒状糊料は「流動化された水溶性粉末糊料に水を噴霧したのち乾燥して粒状物を得る」という先回発明に開示された方法と同様の方法に従って製造することができる。

このような方法は、原料の粉末を気流によって流動層とし、これに液体を噴霧して造粒するからなる方法に従って行うことができ、流動層過

w) が好ましい。噴霧条件は、本発明の実施例で用いたユニグラット流動層造粒機（小型造粒装置）の場合は噴霧速度10～50ml/分、噴霧圧力0.5～2kg/cm²で行うのがふつうである。なお、このような噴霧速度および噴霧圧は流動層、造粒装置により調整可能であり、また装置の大小、造粒物の大きさ等にあわせて適宜選定すべきであることはいうまでもない。

このようにして本発明の粒状糊料製造法に従えば、流動化された粉末糊料に水が噴霧されることにより粉末糊料の粒子が結合し、さらにこれに風を通じることにより多孔質構造を有する凝集物が形成され（一次凝集物）、そしてさらに一次凝集物が結合してより大きな凝集物になる、というよう粉末糊料結合物形成→凝集物形成という過程がくり返えされることによって、本発明の粒状糊料が得られると推定される。

このようにして得られる本発明粒状糊料は、理屈的には、各粒子が一次粒子ないし二次粒子（二次以降のものを包含する）の表面での接着により

粒状装置によって行うのがふつうである。

その一実施例を述べれば下記の通りである。まず、水溶性粉末糊料を流動層造粒装置にいれたのち（この際に必要に応じた分散剤を投入してもよい）、これに50℃～100℃で加温した風を下方より通じて粉末糊料を流動化させる。ついで、ここで形成された粉末糊料の流動層に水（好ましくは精製水）を噴霧したのち、乾燥を行うことにより、粒状糊料を得ることができる。

また、他の実施例としては、水溶性粉末糊料を流動層造粒装置にいれたのち、下方より冷風を通じて粉末糊料の流動化を行い、これに水を噴霧したのち冷風を熱風に切り換える方法によっても本発明の粒状糊料を得ることができる。

ここで用いられる水溶性粉末糊料および水は上記した通りであるが、水の使用量および噴霧条件は下記の通りである。水の使用量は、原料である水溶性粉末糊料の種類、目的として得る粒状糊料の粒径等に合せて適宜換えるのが好ましいが、本発明においては糊料原料に対し5～50% (w/

w) が好ましい。形成された多孔質構造を持つものであると解される。従って、本発明による粒状糊料はママコを形成しなくなるのであるが、これは、原料である粉末糊料と比較して、本発明による糊料の方が単位重量当たりの表面積が小さくなるからである。また、本発明による粒状糊料は、各々の粒子が多孔質構造となっている。従って、粒子内部への水の浸透が非常に早くなっている（すなわち、溶解性が向上している）。

造粒例

実施例1

ユニグラット（UNIGLATT）流動層造粒機（㈱大川原製作所）を用い、キサンタンガム500g (80メッシュ全過、大日本製薬製) を固形 (90℃) で流動化させたのち、これに精製水150gを噴霧速度30ml/分、噴霧圧1.25kg/cm²の条件下で噴霧し、ついで乾燥することにより、粒状糊料を造粒した。

実施例2

実施例1と同じ装置を用い、ヒドロキシプロピ

特開昭63-24865 (5)

ルセルロース (Lタイプ、以下HPC-Lという) 500g (100メッシュバス77%、日本曹達製) を搗風 (90°C) で流動化させたのち、これに精製水80gを噴霧速度20ml/分、噴霧圧1.25kg/cm²の条件下で噴霧し、ついで乾燥することにより、粒状糊料を造粒した。

実施例3

実施例1および2と同一の装置を用い、カルボキシメチルセルロース・ナトリウム (以下CMC-Naという) 400g (100メッシュ企通、第一工業製糊料) を搗風 (90°C) で流動化させたのち、これに精製水100gを噴霧速度300ml/分、噴霧圧1.25kg/cm²の条件下で噴霧し、ついで乾燥することにより、粒状糊料を造粒した。

参考例1

下記の溶解法に従って、従来の粉末糊料と本発明の粒状糊料との溶解時間を測定した。

700ccステンレス鋼製ビーカーに精製水200ccを入れ、一定の速度 (約500rpm) で

参考例2

実施例1、2および3で得られた本発明の糊料を12メッシュ (1000μ) および100メッシュ (149μ) で筋分けした時の粒度を調べた。そして、その糊料の粒度の分布状況を調べた。そのときの結果を第2表に示す。

第2表

	実施例1	実施例2	実施例3
12メッシュ筋に残留するもの	12%	10%	5%
12メッシュ筋を通過し100メッシュ筋上に残留するもの	85%	75%	70%
100メッシュ筋を通過するもの	13%	15%	25%

なお、12メッシュ残留物は1.0mmのスクリーンを用い、パワーミルによる破砕処理で、12メッシュ筋通過、100メッシュ筋上残留物を得ることができる。

参考例3

本発明の糊料とその糊料粉末との物性の比較を行った。物性としては、累積粒度および見掛け比

況併 (搅拌羽根4枚) を行いながら、試料を投入した。そして試料が完全に分散、溶解して粘稠な水溶液になるまでの時間を測定した。

そのときの結果を第1表に示す。

第1表

糊 料		溶解度 (w/w%)	溶解時間 (分)
キサンタンガム	造粒前の粉末糊料 実施例1の粒状糊料 [*]	1	40 20
HPC-L	造粒前の粉末糊料 実施例2の粒状糊料 [*]	5	50 10
CMC-Na	造粒前の粉末糊料 実施例3の粒状糊料 [*]	5	30 10

* 粒状糊料はすべて100メッシュの筋で筋分けした筋上の粒状糊料を使用した。

** 溶解時間は3回測定したときの平均値である。

この結果より、本発明の糊料は、従来の糊料と比較して、その溶解性が著しく向上しているといえる。

容積 (cc/g) を調べた。筋上の見掛け比容積は、パウダーテスター (ホソカワミクロン製) で測定した。また、累積粒度は、上記パウダーテスターを使用し、レオスタット4目盛で3分間振動を行うことによって測定した。

そのときの結果を第3表に示す。

特開昭63-24865 (6)

第3表

成 分		キサンタンガム		H P C		CMC-Na	
		原料粉末	粒状糊料	原料粉末	粒状糊料	原料粉末	粒状糊料
造粒比容積	12メッシュオン	1000 μ	0	0	0	0	0
24	"	710	4.8	11.8	12.1		
32	"	500	15.6	21.5	23.5		
48	"	297	52.9	0	58.0	52.3	
60	"	250	0	68.2	4.3	70.5	63.2
80	"	177	1.2	90.3	19.7	91.4	0
100	"	149	13.5	100	33.2	100	2.9
150	"	105	42.9		52.9	15.5	
200	"	74	66.7		73.6	34.4	
200メッシュパス		100		100		100	
見掛け比容積 (cc/g)		1.68	3.0	2.7	4.7	2.5	5.6
見掛け 比容積の倍率 (原料粉末と比較)			1.88		1.74		2.2

この結果より、本発明の糊料の見掛け比容積は、いずれも原料の1.5倍以上になっており、本発明の糊料は多孔質構造を有していることが示唆される。従って、参考例1で示したように溶解性が著しく向上している。

出願人代理人 佐藤一雄